



## **WATER-BASE INK AND METHOD FOR INK JET RECORDING**

Patent Number: JP9003375  
Publication date: 1997-01-07  
Inventor(s): FUJIOKA MASAYA  
Applicant(s):: BROTHER IND LTD  
Requested Patent: ☐ JP9003375  
Application Number: JP19950157422 19950623  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C09D11/00 ; B41J2/01  
EC Classification:  
Equivalents:

---

### **Abstract**

---

**PURPOSE:** To obtain a water-base ink made proof against the clogging of a nozzle, etc., by specifying the total content of the fatty acids contained in the ink.

**CONSTITUTION:** This water-base ink is one having a palmitic acid content of 0.2% or below, a methyl stearate content of 0.4wt.% or below and a total fatty acid content of 0.6wt.% or below and obtained by mixing 0.1-20wt.%, particularly about 0.3-15wt.%, water-soluble or water-dispersible dye with 0-95wt.%, particularly 20-50wt.%, at least one water-soluble organic solvent selected from among diethylene glycol, glycerol, triethylene glycol monomethyl ether, etc., and the balance of water, agitating the obtained mixture, filtering the mixture with e.g. a membrane filter, leaving the filtrate to stand at about 40 deg.C or above for about one day, cooling the filtrate to about 10 deg.C or below, leaving it to stand for about one day and re-filtering it with a membrane filter. This ink is used, and the ink in a recording head is given thermal energy. The formed ink drops are jetted against recording paper to form clear prints thereon.

RECEIVED

NOV - 5 2001

TC 2800 MAIL ROOM

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-3375

(43)公開日 平成9年(1997)1月7日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 11/00	P S Z		C 0 9 D 11/00	P S Z
B 4 1 J 2/01			B 4 1 J 3/04	1 0 1 Y

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 9 頁)

(21)出願番号	特願平7-157422	(71)出願人	000005267 ブラザー工業株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区苗代町15番1号
(22)出願日	平成7年(1995)6月23日	(72)発明者	藤岡 昌也 名古屋市瑞穂区苗代町15番1号ブラザー工業株式会社内

(54)【発明の名称】 水性インク及びインクジェット記録方法

(57)【要約】

【目的】 使用時及び長期保存時、温度環境の変化によってもノズル、オリフィスの目詰まりや、飛翔方向曲がり、インク滴量変化、飛翔速度変化による印字不良を起こすことがなく、良好な印字が可能であること。

【構成】 各インク材料を十分に混合攪拌した後、0.8 $\mu$ mのメンブランフィルタで濾過し、この濾液を40℃に加温して1日放置した。その後さらに濾液を5℃に冷却して1日放置し、さらにその後、5℃を保ったまま0.8 $\mu$ mのメンブランフィルタで再濾過して、脂肪酸エステル含有量が0.6重量%以下である水性インクを製造した。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水溶性染料または顔料を着色剤として含有する水性インクにおいて、該インク中に含まれる脂肪酸エステル含有合計量が0.6重量%以下であることを特徴とする水性インク。

【請求項2】 前記脂肪酸エステルの含有合計量が0.3重量%以下であることを特徴とする請求項1記載の水性インク。

【請求項3】 前記脂肪酸エステルがパルミチン酸メチル及びステアリン酸メチルであることを特徴とする請求項1または2記載の水性インク。

【請求項4】 前記パルミチン酸メチルの含有量が0.2重量%以下であり、且つ前記ステアリン酸メチルの含有量が0.4重量%以下であることを特徴とする請求項3記載の水性インク。

【請求項5】 前記パルミチン酸メチルの含有量が0.1重量%以下であり、且つ前記ステアリン酸メチルの含有量が0.2重量%以下であることを特徴とする請求項3記載の水性インク。

【請求項6】 水溶性染料または顔料を着色剤として含有する水性インクを記録液として用いるインクジェット記録方法において、脂肪酸エステルの含有合計量が0.6重量%以下である前記水性インクを噴射して、被記録材に記録を行うことを特徴とするインクジェット記録方法。

【請求項7】 前記脂肪酸エステルの含有合計量が0.3重量%以下である前記水性インクを噴射して、被記録材に記録を行うことを特徴とする請求項6記載のインクジェット記録方法。

【請求項8】 前記水性インク中に含まれる脂肪酸エステルがパルミチン酸メチル及びステアリン酸メチルであることを特徴とする請求項6または7記載のインクジェット記録方法。

【請求項9】 前記水性インク中に含まれるパルミチン酸メチルの含有量が0.2重量%以下であり、且つ前記水性インク中に含まれるステアリン酸メチルの含有量が0.4重量%以下であることを特徴とする請求項8記載のインクジェット記録方法。

【請求項10】 前記水性インク中に含まれるパルミチン酸メチルの含有量が0.1重量%以下であり、且つ前記水性インク中に含まれるステアリン酸メチルの含有量が0.2重量%以下であることを特徴とする請求項8記載のインクジェット記録方法。

【請求項11】 前記記録方法は、前記水性インクが充填されるインク室内に設けられた発熱素子からの熱エネルギーを用いて水性インクを噴射する熱インクジェット方式であることを特徴とする請求項6または7または8または9または10記載のインクジェット記録方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、水性インク及びインクジェット記録方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、インクジェット記録方式は、静電吸引方式、圧電素子を用いてインクに機械的振動または変位を与える方式、インクを加熱させることにより気泡を発生させ、その時の圧力を利用する方法等のインク吐出方式が知られている。これらの吐出方式によりインク小滴を形成し、それらの一部もしくは全部を紙等の被記録材に付着させて記録を行うものである。また、万年筆、フェルトペン、ボールペン等の筆記具を用いる場合には、周知のように毛細管からインクを吐出して、それを被記録材に受容させて記録を行う。このようなインクジェット記録方式または筆記具に使用するインクとしては、各種の水溶性染料または顔料を、水または水と水溶性有機溶剤からなる液媒体に溶解または分散させたものが知られ、使用されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】上記のような従来のインクにおいては種々の性能が要求されるのは当然であるが、中でも最も要求される性能は、インクを用いて記録を行っている際、記録を中断した際、さらに長期間記録を行わなかった際における記録装置のノズル、オリフィスまたはペン先での目詰まり及び沈殿物の発生がないという液安定性である。特にインクジェット方式においては、前記筆記具に比べて高価であり、インクジェットノズル、オリフィスの目詰まりを防止することは重要である。さらに、インクジェット方式では、ノズル、オリフィスの目詰まりを起こさないまでも、沈殿物の発生に起因する飛翔方向曲がり、インク滴量変化、飛翔速度変化等による印字不良もまた大きな問題となっている。さらに、インクジェット方式の中でも熱エネルギーを用いる熱インクジェット方式においては、温度変化によって発熱素子の表面に異物の沈着が生じやすいために加えて問題は重要である。

【0004】上記の問題に対して、インク中の沈殿発生の原因となり得る不純物の量を規定することによって解決しようとする試みがなされてきている。

【0005】例えば、特公平3-48951号公報では、インクジェット記録方式に使用する水溶性染料を含む液組成物中に含まれる鉄及び珪素の含有量の合計を9ppm以下とした液組成物が開示されており、また、特公平2-2906号公報では、カチオン交換樹脂によってイオン交換処理した水溶性酸性染料もしくは水溶性直接染料を含有する水溶液を主成分としてなるインクジェット記録用インク等の無機不純物量を規定するものが開示されている。

【0006】さらに、特開昭64-4350号公報では、インク中のナトリウムイオン濃度を0.001重量%～0.2重量%とし、インクタンクを構成する材料中

に含まれる脂肪酸と脂肪酸誘導体類の総量を10～100ppmとしたインクジェット記録装置が開示されている。

【0007】また、特公昭60-48552号公報では、水、水溶性染料、多価アルコールまたは多価アルコール誘導体を含み、消泡剤としての脂肪酸エステル等を0.001～5重量%としたインクが開示されている。

【0008】しかしながら、従来の無機不純物量の規定によるインクは、不純物が過剰に含まれるインクに比べれば改善されているが、例えばインクの長期間の保存や、温度環境の変化まで考慮した場合、必ずしも十分な効果が得られるものではなかった。

【0009】また、上記特開昭64-4350号公報については、インク中の脂肪酸エステル量を何等規定しているものではない。

【0010】また、上記特公昭60-48552号公報についても、消泡剤として意図的に加えられる脂肪酸エステル量が規定されているが、インク中に実際に存在する不純物も含めた脂肪酸エステル量については何等規定しているものではない。

【0011】本発明は、上述した問題点を解決するためになされたものであり、使用時及び長期保存時、温度環境の変化によってもノズル、オリフィスの目詰まりや、飛翔方向曲がり、インク滴量変化、飛翔速度変化による印字不良を起こすことのない水性インク及びインクジェット記録方法を提供することを目的としている。

【0012】インクの材料である市販の染料、顔料中には多くの不純物（例えば分散剤、均染剤等種々の有機物及び無機物）が含有されており、さらに染料顔料以外のインク成分、例えば水や水溶性有機溶剤中にも少なからずの有機、無機不純物が含まれ、また、さらに、インクの製造調製の際にも、使用する容器や器具、環境によって各種不純物が混入することは周知の事実である。本発明者は上述の目的を達成するべく、鋭意研究の結果、これらの不純物が原因となって前述の問題を生じることから、これらの不純物による種々の影響を研究したところ、ノズル、オリフィスを目詰まりさせたり、ジェット曲がり、インク滴量変化、飛翔速度変化を起こしたり、インク貯蔵中に沈殿物を生じたりする大きな原因はインク中に包含される脂肪酸エステルであり、この不純物量を一定値以下としたインクを使用することによって、上記の種々の問題点が解決されることを見いだし本発明を完成するに至ったものである。

【0013】

【課題を解決するための手段】この目的を達成するために本発明の請求項1では、水溶性染料または顔料を着色剤として含有する水性インクにおいて、該インク中に含まれる脂肪酸エステルの含有量が0.6重量%以下であることを特徴としている。

【0014】また、請求項2の水性インクでは、前記脂

肪酸エステルの含有合計量が0.3重量%以下であることを特徴とする。

【0015】また、請求項3の水性インクでは、前記脂肪酸エステルがパルミチン酸メチル及びステアリン酸メチルであることを特徴とする。

【0016】また、請求項4の水性インクでは、前記パルミチン酸メチルの含有量が0.2重量%以下であり、且つ前記ステアリン酸メチルの含有量が0.4重量%以下であることを特徴とする。

【0017】また、請求項5の水性インクでは、前記パルミチン酸メチルの含有量が0.1重量%以下であり、且つ前記ステアリン酸メチルの含有量が0.2重量%以下であることを特徴とする。

【0018】さらに、この目的を達成するために本発明の請求項6では、水溶性染料または顔料を着色剤として含有する水性インクを記録液として用いるインクジェット記録方法において、脂肪酸エステルの含有合計量が0.6重量%以下である前記水性インクを噴射して、被記録材に記録を行うことを特徴としている。

【0019】また、請求項7のインクジェット記録方法では、前記水性インク中に含まれる脂肪酸エステルの含有合計量が0.3重量%以下であることを特徴とする。

【0020】また、請求項8のインクジェット記録方法では、前記水性インク中に含まれる脂肪酸エステルがパルミチン酸メチル及びステアリン酸メチルであることを特徴とする。

【0021】また、請求項9のインクジェット記録方法では、前記水性インク中に含まれるパルミチン酸メチルの含有量が0.2重量%以下であり、且つ水性インク中に含まれるステアリン酸メチルの含有量が0.4重量%以下であることを特徴とする。

【0022】また、請求項10のインクジェット記録方法では、前記水性インク中に含まれるパルミチン酸メチルの含有量が0.1重量%以下であり、且つ水性インク中に含まれるステアリン酸メチルの含有量が0.2重量%以下であることを特徴とする。

【0023】また、請求項11のインクジェット記録方法では、前記水性インクが充填されるインク室内に設けられた発熱素子からの熱エネルギーを用いて水性インクを噴射する熱インクジェット方式であることを特徴とする。

【0024】

【作用】本発明をさらに詳細に説明すると、本発明に用いるインクの基本成分それ自体はすでに公知であり、染料としては、直接染料、酸性染料、塩基性染料、反応性染料等に代表される水溶性染料であり、特にインクジェット記録方式のインクとして好適で、鮮明性、水溶性、安定性、耐光性その他の要求される性能を満たすものとしては、例えばC. 1、ダイレクトブラック17、19、32、51、71、108、146、154、16

8; C. I. ダイレクトブルー6、22、25、71、86、90、106、199; C. I. ダイレクトレッド1、4、17、28、83、227; C. I. ダイレクトイエロー12、24、26、86、98、142; C. I. ダイレクトオレンジ34、39、44、46、60; C. I. ダイレクトバイオレット47、48; C. I. ダイレクトブラウン109; C. I. ダイレクトグリーン59; C. I. アシッドブラック2、7、24、26、31、52、63、112、118; C. I. アシッドブルー9、22、40、59、93、102、104、113、117、120、167、229、234; C. I. アシッドレッド1、6、32、37、51、52、80、85、87、92、94、115、181、256、289、315、317; C. I. アシッドイエロー11、17、23、25、29、42、61、71; C. I. アシッドオレンジ7、19; C. I. アシッドバイオレット49; C. I. ベーシックブラック2; C. I. ベーシックブルー1、3、5、7、9、24、25、26、28、29; C. I. ベーシックレッド1、2、9、12、13、14、37; C. I. ベーシックバイオレット7、14、27; C. I. フードブラック1、2等が挙げられる。

【0025】上記の染料例は、本発明のインクに対して特に好ましいものであるが、本発明は、これらの染料に限定されるものではない。

【0026】また、顔料としては、カーボンブラックの他、多くの無機顔料、有機顔料が使用できる。例えば、アゾレーキ、不溶性アゾ顔料、縮合アゾ顔料、キレートアゾ顔料などのアゾ顔料や、フクロシアニン顔料、ペリレン及びペリノン顔料、アントラキノン顔料、キナクリドン顔料、ジオキサジン顔料、チオインジゴ顔料、イソインドリノン顔料、キノフタロン顔料などの多環式顔料や、塩基性染料型レーキ、酸性染料型レーキなどの染料レーキや、ニトロ顔料、ニトロソ顔料、アニリンブラック蛍光蛍光顔料などの有機顔料、酸化チタン、酸化鉄系、カーボンブラック系等の無機顔料を挙げることができる。また、その他の顔料であっても水相に分散可能なものであれば使用できる。さらに、上記顔料を界面活性剤や高分子分散剤等で表面処理したもの、例えばグラフトカーボン等も使用可能である。

【0027】上記の顔料例は、本発明のインクに対して特に好ましいものであるが、本発明は、これらの顔料に限定されるものではない。

【0028】上記顔料を本発明の着色剤として使用する場合、適当な分散剤、溶剤、純水及び必要に応じて他の添加剤とともに、従来知られている方法により分散処理される。

【0029】分散剤としては、例えば特開昭62-101672号公報に記載されている顔料分散に用いられる高分子分散剤や界面活性剤が使用でき、高分子分散剤と

しては、ゼラチン、アルブミン等の蛋白質、アラビアゴム、トラガントゴム等の天然ゴム類、サポニン等のグルコシド類、メチルセルロース、カルボキシセルロース、ヒドロキシメチルセルロース等のセルロース誘導体、リグニンスルホン酸塩、セラック等の天然高分子、ポリアクリル酸塩、スチレン-アクリル酸共重合物の塩、ビニルナフタレン-アクリル酸共重合物の塩、スチレン-マレイン酸共重合物の塩、ビニルナフタレン-マレイン酸共重合物の塩、 $\beta$ -ナフタレンスルホン酸ホリマリン縮合物のナトリウム塩、リン酸塩等の陰イオン性高分子やポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリエチレングリコール等の非イオン性高分子等の高分子分散剤、界面活性剤としては、高級アルコール硫酸エステル塩類、液体脂肪油硫酸エステル塩類、アルキルアリルスルホン酸塩類等の陰イオン界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレンアルキルエステル類、ソルビタンアルキルエステル類、ポリオキシエチレンソルビタンアルキルエステル類等の非イオン性界面活性剤があり、これらの1種または2種以上を適宜選択して使用できる。その使用量は、一般的にインク全量に対して1~20重量%が望ましい。

【0030】一方、上記顔料の分散に用いる分散機は、一般的な分散機ならどんなものでもよいが、例えば、ボールミル、ローミル、サンドミル等が挙げられる、その中でも特に高速型のサンドミルが好ましい。

【0031】前記染料及び顔料は、それぞれ単独で用いてもよいし、染料同士、顔料同士、また、染料と顔料を2種以上混合して用いることも可能である。

【0032】また、前記染料及び顔料は、本発明のインクに対して一般に0.1~20重量%の割合で用いられ、望ましくは0.3~15重量%の範囲で用いられる。

【0033】本発明の及び本発明に用いるインクに使用する溶媒は、水または水と水溶性有機溶剤との混合溶媒であり、特に好適なものは水と水溶性有機溶剤との混合溶媒であって、水溶性有機溶剤としてインクの乾燥防止（湿潤）効果を有するものである。また、水としては、種々のイオンを含有する一般の水ではなく、脱イオン水を使用するのが好ましい。

【0034】水と混合して使用される水溶性有機溶剤としては、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、*n*-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、*n*-ブチルアルコール、*sec*-ブチルアルコール、*tert*-ブチルアルコール、イソブチルアルコール等の炭素数1~4のアルキルアルコール類；ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド等のアミド類；アセトン、ジアセトンアルコール等のケトンまたはケトアルコール類；テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類；ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等のポリアルキレングリコール類；エチレングリ

コール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリエチレングリコール、トリプロピレングリコール、1, 2, 6-ヘキサントリオール、チオジグリコール、1, 3-ブタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、ヘキシレングリコール等のアルキレン基が2~6個の炭素原子を含むアルキレングリコール類；グリセリン；エチレングリコールメチル（またはエチルまたはn-プロピルまたはイソプロピルまたはn-ブチルまたはイソブチル）エーテル、プロピレングリコールメチル（またはエチルまたはn-プロピルまたはイソプロピルまたはn-ブチルまたはイソブチル）エーテル、ジエチレングリコールメチル（またはエチルまたはn-プロピルまたはイソプロピルまたはn-ブチルまたはイソブチル）エーテル、ジプロピレングリコールメチル（またはエチルまたはn-プロピルまたはイソプロピルまたはn-ブチルまたはイソブチル）エーテル、トリエチレングリコールメチル（またはエチルまたはn-プロピルまたはイソプロピルまたはn-ブチルまたはイソブチル）エーテル、トリプロピレングリコールメチル（またはエチルまたはn-プロピルまたはイソプロピルまたはn-ブチルまたはイソブチル）エーテル等の多価アルコールの低級アルキルエーテル類；2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン等のピロリドン類；1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等が挙げられる。これら多くの水溶性有機溶剤の中でも、ジエチレングリコール、グリセリン等の多価アルコール、トリエチレングリコールモノメチル（またはエチルまたはn-プロピルまたはイソプロピルまたはn-ブチルまたはイソブチル）エーテル等の多価アルコールの低級アルキルエーテルは好ましいものである。

【0035】インク中の上記水溶性有機溶剤の含有量は、一般にはインク全量に対して重量%で0~95重量%、好ましくは10~80重量%、より好ましくは20~50重量%である。

【0036】この時の水の含有量は、上記水溶性有機溶剤成分の種類、その組成あるいは所望されるインクの特性に依存して広い範囲で決定されるが、インクの全重量に対して一般に10~95重量%、好ましくは10~75重量%、より好ましくは20~70重量%の範囲内とされる。

【0037】本発明で使用するインクの基本成分については上述の通りであるが、本発明の主たる特徴は、上記インク中に含有される脂肪酸エステルを0.6重量%以下としたことである。さらに上記の脂肪酸エステルの含有量は0.3重量%以下に制御することが望ましい。

【0038】本発明者は、インクの安定性について鋭意研究したところ、従来のインクに使用されている湿潤剤やその他の添加剤には、合成品の場合、合成の際の副生

成物や製造上混入するゴミ等の不純物、天然物の場合、元来有している不純物等の有機、無機の不純物が少なからず含まれており、さらに、従来のインクに使用される染料においても、例えば界面活性剤、均染剤を始め、塩化ナトリウム、硫酸ナトリウム、アルカリ土類金属の塩等非常に多くの無機、有機不純物を含有していることが判明した。また、従来のインクに用いられる顔料においても、顔料自体に含まれる不純物、分散剤に含まれる不純物等多くの無機、有機不純物を含有している。これらの不純物がインクジェット記録及び筆記具において種々の問題を生じることが知られており、本発明者もこれらの無機、有機不純物を鋭意除去して純度の高いインク材料とし、これらの材料によってインクとしたところ、かなりの程度問題が解決されるものであったが、インクジェット方式におけるジェット曲がり、インク滴量変化、飛翔速度変化等を完全に解決するものではなく、また、熱エネルギーを使用するインクジェット方式においては、発熱素子上への異物の沈着を必ずしも十分には防止できなかった。

【0039】本発明者はさらに詳細な研究を続けた結果、ジェット曲がり等を起こしたインクジェットヘッドのノズル、オリフィス表面分析や発熱素子上への沈着物の分析から、これら問題を起こす主たる原因物質が脂肪酸エステルであることを見いだした。さらに、インクジェット方式におけるジェット曲がり、インク滴量変化、飛翔速度変化の発生頻度及び熱エネルギーを使用するインクジェット方式における発熱素子上への沈着物の発生量と、インク中の脂肪酸エステル量が良い相関を示すことが明らかとなり、本発明に至ったものである。

【0040】脂肪酸エステルが上記のような問題を起こす理由は以下のように考えられる。すなわち、インク中に存在する脂肪酸エステルは、精密濾過工程を含むインク調製直後はインク中に完全に溶解もしくは分散した状態で存在するが、その後、該インクが温度、湿度、pH等の環境変化を受けると、脂肪酸エステルと該インク中に存在するアルカリ金属に代表される陽イオンが反応して、脂肪酸の不溶性塩を形成する。この不溶性の塩がインクジェットヘッドのノズル、オリフィスの目詰まり、発熱素子上への沈着の原因となるのである。

【0041】上記脂肪酸と陽イオンとの塩は、特に低温で顕著に析出し、また、高pHにおいても析出は顕著となる。

【0042】以下インク中の脂肪酸エステル含有量の調整方法について説明する。

【0043】すなわち、一般的な手法によってインク材料を混合し、精密濾過を行ってインクを調製した後、該インクの温度を常温より上げ、好ましくは40℃以上で1日放置する。その後、該インクの温度を下げ、好ましくは常温以下、より好ましくは10℃以下でさらに1日放置する。このようなエージング処理を施した該インク

を常温以下、好ましくは10℃以下の温度環境下で再び精密濾過する。

【0044】ここで、上記の調整方法において、該インクの温度を常温以上に上げるのは、該インク中に含まれる脂肪酸エステルとアルカリ金属に代表される陽イオンとの反応を促進させ、脂肪酸の不溶性塩の形に置き換えるためである。さらに、その後、該インクの温度を常温以下に下げるのは、上記脂肪酸の不溶性塩の析出を促進させるためである。また、その後、常温以下の温度で精密濾過を行うのは、析出した該脂肪酸の不溶性塩を再びインク中に溶解させることなく、除去するためである。

【0045】このようにして得られた該インク中の脂肪酸エステル量は上記処理前と比べて格段に減少し、さらに、インク中に含まれるアルカリ金属等の金属陽イオンについてもその量が格段に減少し、インクジェット用のインクとしては不純物の非常に少ない理想的な状態が達成される。

【0046】以上、インク中の脂肪酸エステル分の含有量を調整するための1方法を示したが、調整法はこの方法に限定されることなく、脂肪酸エステルまたは脂肪酸塩等を除去できる方法であればすべて有効に利用することができる。

【0047】また、実際上は、脂肪酸エステル分の除去と共に、食塩、硫酸、ナトリウム等の種々の無機塩の除去、あるいはカルシウム、マグネシウム等の除去も行うのが好ましい。

【0048】本発明に使用するインクの基本構成は以上

#### 液組成

アシッドイエロー23 (アシッドイエロー XX-SF:ヘキスト社製)	1%
ジエチレングリコール	10%
グリセリン	2%
純水	87%

上記各材料を十分に混合攪拌した後、0.8μmのメンブランフィルタで濾過し、この濾液を40℃に加熱して1日放置した。その後さらに濾液を5℃に冷却して1日放置し、さらにその後、5℃を保ったまま0.8μmのメンブランフィルタで再濾過してインクとした。

【0055】このインク中の脂肪酸エステル含有量をガスクロマトグラフ質量分析計にて測定したところ0.17%であった。また、この脂肪酸エステルのうち、0.05%がパルミチン酸メチル、0.10%がステアリン酸メチルであった。また、ベヘン酸メチル、ミリスチン酸メチル等のパルミチン酸メチル、ステアリン酸メチル以外の脂肪酸エステルの合計量は0.02%であった。

【0056】このインクを用いて、記録ヘッド内のインクに熱エネルギーを与えて液滴を発生させ、記録を行うオンデマンドタイプのマルチヘッド（吐出オリフィス径35μm、発熱抵抗体抵抗値150オーム、駆動電圧30ボルト、周波数2KHz）を有する記録装置、及び記

の通りであるが、その他従来公知の各種分散剤、界面活性剤、粘度調整剤、表面張力調整剤、pH調整剤、防汚防カビ剤等を必要に応じて添加することができる。

【0049】また、記録液を帯電させるタイプのインクジェット記録方法に使用されるインクを調合する場合には、塩化リチウム、塩化アンモニウム、塩化ナトリウム等の無機塩類等の比抵抗調整剤が添加される。

【0050】尚、熱エネルギーの作用によってインクを吐出させるタイプのインクジェット方式に適用する場合には、熱的な物性値（例えば比熱、熱膨張係数、熱電導率等）が調整されることもある。

【0051】以上のようにして得られる本発明で使用するインクは、従来技術の問題点が十分に解決されており、そのままでインクジェット方式における記録特性（信号応答性、液滴形成の安定性、吐出安定性、長時間の連続記録性、長時間の動作休止後のインク吐出安定性）、保存安定性、被記録材への定着性、あるいは記録画像の耐光性、耐水性等いずれもバランスのとれた優れたものであり、各種の方式のインクジェット記録用のインクとして有用であり、沈着物の発生を最も嫌う熱エネルギーを使用するインクジェット記録方式のインクとしても好適であり、優れた記録を与えることができる。

【0052】

【実施例】以下、本発明を具体化した実施例について説明する。

【0053】尚、文中%とあるのは重量基準である。

【0054】＜実施例1＞

録ヘッド内のインクにピエゾ素子振動による圧力を与えて液滴を発生させ、記録を行うオンデマンドタイプのマルチヘッド（吐出オリフィス径40μm、駆動電圧30ボルト、周波数10KHz）を有する記録装置により、以下のT1～T5の検討を行ったところ、いずれにおいても良好な結果を得た。

【0057】（T1）長期安定性；インクをプラスチックフィルムの袋に密閉し、-30℃と60℃で6カ月間保存した後でも不溶分の析出は認められず、液の物性や色調にも変化はなかった。

【0058】（T2）吐出安定性；室温、5℃、40℃の雰囲気下でそれぞれ24時間の連続吐出を行ったが、いずれの条件でも終始安定した高品質の記録が行えた。

【0059】（T3）吐出応答性；2秒間の間欠吐出と2カ月間放置後の吐出について調べたが、いずれの場合にもオリフィス先端での目詰まりはなく、安定で均一に記録された。

【0060】（T4）記録画像の品質；以下に示す被記

録材に記録された画像は、濃度が高く鮮明であった。室内光に6カ月さらした後の濃度の低下率は1%以下であった。

#### 【0061】

被記録材：山陽パルプ（株）製上質紙「銀環」  
北越製紙（株）製上質紙「セブンスター」  
本州製紙（株）製中質紙「白牡丹」  
東洋紙（株）製ノンサイズ紙「東洋紙No.4」

（T5）各種被記録材に対する定着性：上記（T4）に

実施例2 アシッドブルー9（アシッドブルー AE-SF：ヘキスト社製）2%  
ジエチレングリコール 12%  
純水 86%

→インク中の脂肪酸エステル含有量0.16%  
パルミチン酸メチル 0.04%  
ステアリン酸メチル 0.09%。

#### 【0064】

実施例3 アシッドレッド52（アシッドローダミン B-SF  
：ヘキスト社製）1%  
ジエチレングリコール 10%  
トリエタノールアミン 3%  
純水 86%

→インク中の脂肪酸エステル含有量0.17%  
パルミチン酸メチル 0.05%  
ステアリン酸メチル 0.11%。

#### 【0065】

実施例4 ダイレクトブラック168（ダイレクトブラック HEF-SF  
：ヘキスト社製）3%  
グリセリン 10%  
エタノール 5%  
純水 82%

→インク中の脂肪酸エステル含有量0.25%  
パルミチン酸メチル 0.08%  
ステアリン酸メチル 0.15%。

【0066】＜実施例5＞シアンインクとして実施例1のインク、マゼンタインクとして実施例2のインク、イエローインクとして実施例3のインク、ブラックインクとして実施例4のインクをそれぞれ用いて実施例1～4において利用したものと同様のインクジェット記録装置にてフルカラーの写真を再現した。得られた画像は極めて鮮明で色再現も良好であった。

【0067】＜実施例6～9＞実施例1～4と同様の液組成を用いて、実施例1のインク調製方法における高温

実施例6 実施例1と同液組成

→インク中の脂肪酸エステル含有量0.50%  
パルミチン酸メチル 0.14%  
ステアリン酸メチル 0.29%。

#### 【0069】

実施例7 実施例2と同液組成

→インク中の脂肪酸エステル含有量0.44%  
パルミチン酸メチル 0.12%

示した被記録材に印字15秒後、印字部を指で擦り、画像ずれ、滲みの有無を判定した結果、いずれも画像ずれ、滲み等がなく、優れた定着性を示した。

【0062】＜実施例2～4＞実施例1と同様の方法により下記の液組成を用いてインクを調製し、それぞれについて実施例1と同様にT1～T5の検討を行った、これらはいずれも実施例1と同様に優れた結果を示した。

#### 【0063】

放置の温度を35℃とし、低温放置の温度及び再過時の温度を10℃としてインクを調製した（実施例6～9）。調製したインクそれぞれについて実施例1と同様にT1～T5の検討を行った結果、T1、T2、T4、T5ではいずれも実施例1と同様に優れた結果を示した。T3では2カ月放置後の吐出においてジェット曲がり、飛翔速度変化等がわずかに観察されたが印字開始後すぐに回復した。

#### 【0068】



ステアリン酸メチル 0.28%。

【0070】

実施例8 実施例3と同液組成

→インク中の脂肪酸エステル含有量0.45%

パルミチン酸メチル 0.14%

ステアリン酸メチル 0.26%。

【0071】

実施例9 実施例4と同液組成

→インク中の脂肪酸エステル含有量0.58%

パルミチン酸メチル 0.19%

ステアリン酸メチル 0.35%。

【0072】<実施例10>顔料カーボンブラックと100倍量の純水とを1時間攪拌し、汙過することを3回行った後、乾燥した。これを用いて下記組成の液組成物を調製し、パールミル（商品名、アシザワ（株）製）にて分散処理を行い、分散液を得た。

液組成

カーボンブラック（MA-7、三菱化学製） 10%

スチレン-無水マレイン酸共重合体（分子量1万、酸価175） 7%

グリセリン 5%

ニッコールTS-30（日光ケミカルズ社製） 2%

純水 75%

トリエタノールアミン 1%。

【0075】次にこの分散液を遠心分離機にかけて粗大粒子を除去し、次にこの分散液を平均孔径1 $\mu$ mのメンブランフィルタにて加圧汙過した後、汉液を40℃に加温して1日放置し、その後5℃に冷却してさらに1日放置の後、5℃の環境下で1 $\mu$ mメンブランフィルタでの再汉過を行った。調製したインクについて、実施例1と同様に脂肪酸エステル含有量を測定したところ、0.20%であった。また、この脂肪酸エステルのうち、パルミチン酸メチルが0.06%であり、ステアリン酸メチルが0.11%であった。このインクについて、実施例1と同様にT1~T5の検討を行ったが、実施例1と同

比較例1 実施例1と同液組成

→インク中の脂肪酸エステル含有量1.62%

パルミチン酸メチル 0.55%

ステアリン酸メチル 0.94%。

【0078】

比較例2 実施例2と同液組成

→インク中の脂肪酸エステル含有量1.40%

パルミチン酸メチル 0.49%

ステアリン酸メチル 0.88%。

【0079】

比較例3 実施例3と同液組成

→インク中の脂肪酸エステル含有量1.35%

パルミチン酸メチル 0.44%

ステアリン酸メチル 0.79%。

【0080】

比較例4 実施例4と同液組成

【0073】尚、ミルに充填する粉碎メディアとしては、ジルコニアを用いた。また、分散装置の接液部はセラミック加工されたものを使用した。

【0074】

様に優れた結果を示した。

【0076】<比較例1~4>実施例1~4と同様の液組成を用いて、実施例1のインク調製方法における加温放置及び冷却放置及び再汉過を行わずにインクとした（比較例1~4）。調製したインクそれぞれについて実施例1と同様にT1~T5の検討を行った結果、T1において、不溶分の析出が認められた。T2、T3では目詰まり、ジェット曲がり、飛翔速度変化等が頻繁に観察され、回復しなかった。

【0077】

→インク中の脂肪酸エステル含有量 1.94%

パルミチン酸メチル 0.65%

ステアリン酸メチル 1.14%。

【0081】

【発明の効果】以上説明したことから明かなように、本発明の水性インク及び水性インクを用いたインクジェット記録方法においては、該インク中に含まれる脂肪酸エステルの含有量が0.6重量%以下であることを特徴としており、さらに望ましくは、該インク中に含まれる脂肪酸エステルの含有量が0.3重量%以下であることを特徴としているため、使用時及び長期保存時、温度環境

の変化によってもノズル、オリフィスの目詰まりや、飛翔方向曲がり、インク滴量変化、飛翔速度変化による印字不良を起こすことがなく、良好な印字が可能である。また、熱エネルギーを用いる熱インクジェット方式に本発明の水性インクを用いた場合には、発熱素子の表面に異物の沈着が生じにくいため、ヘッドの耐久性を向上させるといった効果がある。